



(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 922 777 A1

(12)

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

16.06.1999 Bulletin 1999/24

(51) Int Cl. C21D 8/02, C21D 1/18

(21) Numéro de dépôt: 98870255.1

(22) Date de dépôt: 19.11.1998

(84) Etats contractants désignés:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE

Etats d'extension désignés:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: 19.11.1997 BE 9700930

08.07.1998 EP 98202377

(71) Demandeur: RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT  
DU GROUPE COCKERILL SAMBRE, en abrégé:  
RD-CS  
4000 Liège (BE)

(72) Inventeurs:

- Eberle, Klaus  
4102 Ougrée (BE)
- Harlet, Philippe  
6042 Ransart (BE)
- Cantinieaux, Pierre  
5651 Thy-le-Château (BE)

(74) Mandataire: Van Reet, Joseph et al  
Gevers & Vander Haeghen,  
Patent Attorneys,  
Rue de Livourne 7  
1060 Brussels (BE)

(54) Produit plat, tel que tôle, d'un acier à haute limite d'élasticité montrant une bonne ductilité et procédé de fabrication de ce produit

(57) L'invention est relative à un produit plat en acier multiphasé et à un procédé de préparation de cet acier qui peut être obtenu par les étapes suivantes : le laminage à chaud à une température à laquelle la phase austénitique est stable, un revenu pour former une phase enrichie en C et Mn dans une matrice de ferrite, un

traitement thermique pour former des îlots d'austénite et/ou d'enrichir en Mn de l'austénite déjà formée et un refroidissement jusqu'à la température ambiante de manière à obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'austénite résiduelle, de bainite et ou de martensite.

EP 0 922 777 A1

**Description**

- [0001] La présente invention est relative à un produit plat, tel qu'une tôle, en acier, contenant du Mn, à phases multiples avec une matrice de ferrite.
- [0002] Des aciers à haute résistance comme les aciers rephosphorés, les aciers microalliés, les aciers "bake-hardening", sont largement utilisés pour les pièces d'automobiles. Des tôles réalisées en un tel acier exigent une résistance suffisante pour répondre à la sécurité des automobiles et doivent, de plus, avoir des propriétés excellentes de mise en forme.
- [0003] Il est également connu que la résistance et la ductilité d'un acier multiphasé peuvent être améliorées par une microstructure multiphasée combinée éventuellement avec une transformation induite de plasticité ("transformation induced plasticity, "TRIP") d'austénite résiduelle en martensite.
- [0004] L'effet "TRIP" a pour la première fois été découvert par Zackay et al dans des aciers contenant de grandes quantités de nickel et de chrome.
- [0005] Toutefois, la présence dans ces aciers de grandes quantités de tels éléments d'alliage pose des problèmes pour la fabrication d'aciers dans des conditions économiquement rentables.
- [0006] Il y a encore lieu de remarquer qu'un acier contenant une quantité significative d'austénite résiduelle peut être obtenu par l'addition de silicium et de manganèse et par un laminage à chaud à cycle thermique contrôlé ou d'un laminage à froid suivi par un recuit intercritique combiné avec un maintien bainitique produisant une structure formée de plusieurs phases et avec des zones isolées ou îlots d'austénite résiduelle qui est stable à température ambiante.
- [0007] Un tel acier est notamment connu par le document US-A-4.544.422 et les articles de Gregory H. Haidemenos "Austenite stabilisation from direct cementite conversation in low-alloy steels", dans Steel Research 67 (1996) n° 3, p. 93 à 99, et "Modelling of austenite stability in low-alloy triple-phase steels" Steel Research 67 (1996) n° 11, p. 513 à 519.
- [0008] Ces aciers connus et leur élaboration présentent toutefois certains inconvénients non négligeables. En effet, ces aciers nécessitent en général de grandes quantités d'éléments d'addition.
- [0009] De plus, le fait que dans ces aciers connus la teneur en silicium est généralement relativement élevée, de l'ordre de 1,25 à 1,50 % de Si, donne une tôle d'acier présentant certains défauts de surface appelés "langues de chat", qui sont créés lors du laminage à chaud. Par ailleurs, ces aciers connus posent des problèmes lors du revêtement métallique au trempé, tel que la galvanisation, dus à la fragilisation du revêtement et aux problèmes de mouillabilité du métal liquide destiné à former le revêtement.
- [0010] Un des buts essentiels de la présente invention est de proposer une tôle d'acier permettant de remédier aux inconvénients précités et qui, ainsi, convient particulièrement bien pour la galvanisation tout en pouvant être fabriqué suivant un procédé économiquement très favorable.
- [0011] L'acier, suivant l'invention, présente des propriétés améliorées de résistance et de ductilité, tout en ayant une teneur extrêmement réduite en silicium, de sorte qu'il convient tout particulièrement pour la mise en forme et le traitement de surface dans l'industrie automobile.
- [0012] A cet effet, la tôle d'acier suivant l'invention, a une structure et des propriétés qui sont susceptibles d'être obtenues par un procédé tel que défini dans la revendication 1.
- [0013] Avantageusement, l'acier suivant l'invention présente la composition chimique suivante : 0,05 à 0,8 % de C; 0,2 à 3,0 % de Mn; Si ≤ 1,00 %; B ≤ 0,100 %; Ti, Nb, Zr et V chacun ≤ 0,200 %, Al ≤ 0,400 %; N ≤ 0,100 %; P ≤ 0,100 %; Cr, Ni et Cu chacun ≤ 2,000 %; Mo ≤ 0,500 %.
- [0014] L'invention concerne également le procédé précité particulier pour la fabrication du produit plat en acier, suivant l'invention.
- [0015] Suivant une forme de réalisation particulière de ce procédé le revenu précité est réalisé à une température inférieure à la température eutectoïde ( $A_1$ ), de manière à former de la cémentite et de faire diffuser des éléments carburiènes, tels que du Mn dans cette cémentite.
- [0016] Suivant une forme de réalisation préférentielle, le procédé suivant l'invention comprend une étape de refroidissement jusqu'à la température ambiante après l'étape de maintien ou de revenu précité, cette étape étant alors suivie d'une étape de laminage à froid avant l'étape du traitement thermique précité.
- [0017] D'autres détails et particularités de l'invention ressortiront de la description donnée ci-après, à titre d'exemple non limitatif, de quelques formes de réalisation particulières de l'invention avec référence aux dessins annexés.
- [0018] Les figures 1 à 15 concernent des graphiques schématiques de la température de traitement en °C, en fonction du temps de traitement de l'acier, illustrant les différentes étapes du procédé suivant l'invention.
- [0019] Les figures 16 à 23 sont des représentations schématiques d'une coupe transversale de différentes microstructures de l'acier suivant l'invention.
- [0020] Dans les différentes figures, les mêmes chiffres de référence désignent des éléments analogues ou identiques.
- [0021] D'une façon générale, l'invention concerne un acier multiphasé se présentant de préférence sous forme de

tôle et comprenant une matrice de ferrite dans laquelle sont répartis des îlots d'au moins une des phases suivantes : bainite, martensite ou austénite résiduelle qui est également stable à température ambiante, et qui montre éventuellement une transformation induite de plasticité ("TRIP"). De plus, la matrice de ferrite peut être renforcée par des précipités secondaires des éléments de micro-alliage.

[0022] Du point de vue chimique, cet acier peut contenir de 0,05 à 0,8 % de carbone, 0,2 à 3,0 % de manganèse et moins de 1 % de silicium. Toutefois, suivant l'invention, une préférence est donnée aux aciers contenant le moins possible de silicium, par exemple moins de 0,5 %, de préférence tout au plus 0,4 % ou même moins que 0,2 %.

[0023] En plus des éléments précités, cet acier peut avoir une faible teneur volontairement ajustée en bore, titane, niobium, zirconium, vanadium, aluminium, azote, phosphore, chrome, nickel, cuivre, molybdène et des traces d'impuretés généralement inévitables lors de la préparation de l'acier, le restant étant du fer.

[0024] Plus particulièrement, pour l'acier suivant l'invention, la concentration des divers éléments précités est avantageusement comme suit : B ≤ 0,100 %; Ti, Nb, Zr et V chacun ≤ 0,200 %, Al ≤ 0,400 %; N ≤ 0,100 %; P ≤ 0,100 %; Cr, Ni et Cu ≤ 2,000 % chacun; Mo ≤ 0,500 %.

[0025] Comme déjà mentionné ci-dessus, l'invention concerne également un procédé pour la fabrication d'une tôle d'acier multiphasé répondant à la composition chimique précitée, suivant lequel on soumet cet acier par exemple sous forme d'une brame, aux étapes successives suivantes :

- le laminage à chaud de cet acier à une température à laquelle la phase austénitique est stable, c'est-à-dire à une température supérieure à la température de transformation de l'austénite ( $A_3$ ),
- un revenu ou maintien de la tôle bobinée à une température comprise entre 300°C et une température de 50°C au-dessus de la température eutectoïde ( $A_1$ ) pendant au moins 4 heures, suivi éventuellement d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante, de manière à former une phase enrichie en éléments carburigènes et/ou gammagènes, tels que du C et Mn dans une matrice de ferrite,
- un traitement thermique à une température supérieure à la température eutectoïde susdite ( $A_1$ ) et inférieure à la température de formation d'austénite ( $A_3$ ) de manière à former des îlots d'austénite et/ou d'enrichir en éléments gammagènes, tels que du Mn de l'austénite déjà formée, et
- un refroidissement subséquent jusqu'à la température ambiante d'une manière telle à obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et martensite.

Le traitement thermique précité peut être précédé ou suivi d'un laminage à froid.

[0026] En fait, l'invention consiste à présenter un acier contenant simultanément au moins deux phases telles que ferrite/austénite résiduelle ou ferrite/bainite, ferrite/martensite, ferrite/bainite/martensite avec ou sans austénite résiduelle et une teneur très réduite en silicium, ayant, en plus, une structure et des propriétés d'un acier obtenu par le procédé tel que défini ci-dessus.

[0027] Dans ce procédé, on peut généralement détecter trois étapes successives importantes.

[0028] Dans la première étape a lieu un laminage à chaud d'un acier, répondant à la composition chimique précitée, au-dessus de la température  $A_3$ , qui est la température de transformation de l'austénite en ferrite et qui dépend de la composition chimique de l'acier. Le réchauffement de la brame a lieu à des températures de 1100°C à 1350°C, pendant 130 à 250 minutes. Cette étape peut être considérée comme l'étape d'austénisation au cours de laquelle on évite la formation de ferrite et de perlite et où l'on maintient le C et le Mn en solution. Le laminage à chaud comprend un laminage de dégrossissage suivi d'un laminage de finition qui ont lieu à une température supérieure à la température  $A_3$ .

[0029] Ce laminage à chaud peut alors éventuellement être suivi d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante et ceci d'une manière telle à former une microstructure de la bainite et/ou de la martensite, tout en évitant la formation de ferrite et de perlite.

[0030] Ce refroidissement a de préférence au moins partiellement lieu sur une table de refroidissement appelée "Runout table" ou par un outil de refroidissement accéléré appelé "Ultra Fast Cooling".

[0031] Dans la deuxième étape, après le bobinage de la tôle obtenue par le laminage précité, au cours duquel la tôle continue à se refroidir, et après le décapage, a lieu le revenu qui peut, par exemple, être réalisé par un chauffage dans un four de recuit cloche jusqu'à une température située entre 300°C et 50°C au-dessus de la température eutectoïde  $A_1$ . Cette température est maintenue pendant au moins 4 heures et de préférence jusque tout au plus 200 heures.

[0032] Pour quelques chemins thermomécaniques développés, il existe une combinaison du laminage à chaud directement suivi par un maintien ou revenu sans refroidissement de la tôle à température ambiante.

[0033] Le produit plat, lors du maintien ou revenu, est encore recouvert à la surface par un oxyde de fer appelé "calamine".

[0034] Les avantages rencontrés de la calamine lors du maintien ou du revenu sont les suivants : aucun problème

du collage des spires lors du maintien ou revenu, et aucun problème de décarburation de la surface de la tôle même sans utilisation d'une atmosphère réductrice dans la cloche d'isolation ou dans la cloche de recuit.

[0035] Dans la troisième étape a lieu un traitement thermique à une température supérieure à la température eutectoïde A<sub>1</sub> et inférieure à la température de formation d'austénite A<sub>3</sub>.

5 [0036] Ce traitement thermique peut être réalisé soit directement après le revenu, soit après un refroidissement éventuellement combiné avec un laminage à froid. Il est de toute façon suivi d'un refroidissement contrôlé jusqu'à la température ambiante. Le but essentiel de cette opération est d'obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et martensite. La quantité relative de ces phases est essentiellement fonction de la composition chimique de départ de l'acier traité et des conditions particulières dans lesquelles les différentes étapes sont exécutées.

10 [0037] Plus particulièrement, la teneur en C détermine le volume maximum de ferrite et permet de diminuer sensiblement la température de départ de martensite Ms suivant la formule :

15

$$M_s = 539 - 423 \times C - 30,4 \times Mn - 7,5 \times Si$$

(Formule d'Andrews)

[0038] La teneur en C contrôle le temps de départ dans un diagramme de refroidissement continu et la cinétique de formation de ferrite et de bainite.

[0039] Ainsi, le choix de la teneur en C permet d'obtenir une microstructure de martensite et/ou de bainite durant le refroidissement sur une table de train à larges bandes appelée "runout table" ou par un dispositif de refroidissement accéléré appelé "Ultra Fast Cooling".

25 [0040] Le carbone est un élément interstitiel qui durcit les phases ferritiques dans l'acier. Dans une microstructure de revenu, une phase riche en carbone appelée "carbure de fer" ou "cémentite" se forme. Par la teneur de carbone, la fraction de cette phase formée peut être contrôlée. Le manganèse est connu comme élément qui augmente la trempabilité d'un acier et comme un élément de substitution qui durcit les phases ferritiques dans l'acier. Le manganèse peut être enrichi par réaction d'échange dans les carbures de fer (substitution de fer par le manganèse) lors d'un traitement de revenu.

30 [0041] Le choix de la teneur en manganèse permet d'influencer la zone de formation de bainite dans un diagramme de refroidissement continu et dans le diagramme de maintien isothermique. Le manganèse permet de diminuer la température de départ de la formation de martensite et d'améliorer, par conséquent, la stabilité de la phase austénitique.

[0042] 35 Le silicium est un élément de substitution qui durcit les phases ferritiques dans l'acier. Il est alpha-gène, cela veut dire qu'il augmente la température de la formation de ferrite lors du refroidissement. A une teneur en Si plus élevée, certains défauts de surface appelés "langue de chat", qui sont créés lors du laminage à chaud, peuvent apparaître. Par ailleurs, ces aciers connus posent des problèmes lors du revêtement métallique au trempé, tel que la galvanisation, dus à la fragilisation du revêtement et aux problèmes de mouillabilité du métal liquide destiné à former le revêtement.

[0043] 40 Le silicium stabilise le carbone en solution dans l'austénite et dans la bainite par une inhibition de la précipitation de cémentite. Cet effet s'explique par le fait que le silicium est relativement peu soluble dans la cémentite, ce qui nécessite l'éjection contrôlée, par diffusion, de silicium dans le front de transformation. Cela cause une inhibition de croissance des embryons de cémentite.

[0044] 45 Les éléments, constitués par le niobium, le vanadium, le zirconium et le titane, seuls ou en combinaison, sont utilisés en faible quantité pour former des carbures, nitrides ou carbonitrides de manière à pouvoir bloquer l'accroissement des grains durant le réchauffement du slab et à pouvoir augmenter la résistance par l'effet de précipitation.

[0045] 50 Lors du laminage à chaud, lors du refroidissement sur la table de refroidissement et/ou dans la bobine après bobinage, un effet d'augmentation de la résistance par l'effet de précipitation peut avoir lieu.

[0046] A l'état non précipité, cela veut dire à l'état en solution dans la maille cristalline de ferrite, les éléments de microalliages peuvent mener à un effet d'augmentation de la résistance lors d'un traitement de revenu par précipitation secondaire.

[0047] 55 L'aluminium est utilisé pour fixer l'azote en solution en formant des nitrides d'aluminium. Les nitrides d'aluminium ont, de plus, un effet positif en réduisant l'accroissement des grains d'austénite jusqu'à une température de l'ordre de 1150°C pendant le réchauffement de l'acier lors du laminage à chaud.

[0048] L'aluminium est un élément de substitution qui durcit les phases ferritiques dans l'acier et qui stabilise le carbone en solution dans l'austénite et dans la bainite par une inhibition de la précipitation de cémentite. Cet effet s'explique par le fait que l'aluminium est relativement peu soluble dans la cémentite, ce qui nécessite l'éjection contrôlée, par diffusion, d'aluminium dans le front de transformation. Cela provoque une inhibition de croissance des embryons de cémentite.

- [0049] Le phosphore a un effet positif sur la résistance de l'acier, mais doit également être maintenu assez réduit pour éviter des effets de fragilisation. L'azote est une impureté dont la teneur doit être maintenue aussi réduite que possible.
- 5 [0050] L'azote est un élément interstitiel qui durcit les phases ferritiques dans l'acier et, en solution dans l'acier, il augmente la sensibilité au vieillissement.
- [0051] En quantités très réduites, le bore se dépose dans les joints de grains et augmente ainsi la ductilité. Le bore nuit également à la formation des phases, qui sont obtenues par diffusion, telles que les phases de ferrite et de perlite. Le bore augmente la trempabilité de l'acier lors du laminage à chaud. Le bore forme des précipités avec l'azote en solution.
- 10 [0052] A une température pour laquelle la formation de bainite a lieu, le bore diminue la cinétique de la formation de bainite. Le bore peut être enrichi par réaction d'échange dans les carbures de fer (substitution du carbone par le bore) ou par précipitation couplée des borocarbures de fer et des carbures de fer lors d'un traitement de revenu à une température d'activation suffisante.
- 15 [0053] Le molybdène est un élément de substitution, il durcit les phases ferritiques dans l'acier. Le molybdène est connu comme élément qui augmente la trempabilité d'un acier. Le molybdène peut être enrichi par réaction d'échange dans les carbures de fer (substitution de fer par le molybdène) ou par précipitation couplée des carbures de fer avec les carbures de molybdène lors d'un traitement de revenu à une température d'activation suffisante.
- 20 [0054] Le chrome est un élément de substitution qui durcit les phases ferritiques dans l'acier. Le chrome est connu comme élément qui augmente la trempabilité d'un acier et peut être enrichi par réaction d'échange dans les carbures de fer (substitution de fer par le chrome) ou par précipitation couplée des carbures de fer avec les carbures de chrome lors d'un traitement de revenu à une température d'activation suffisante.
- 25 [0055] Le nickel et le cuivre sont des éléments de substitution qui durcissent les phases ferritiques dans l'acier et qui sont connus comme éléments qui augmentent la trempabilité d'un acier.
- [0056] Signalons encore qu'un traitement thermique, tel qu'un revenu ou un recuit, à une température située entre les température  $A_1$  et  $A_3$  est appelée "revenu ou recuit intercritique".
- 30 [0057] Dans certaines des étapes du procédé décrit ci-dessus ainsi que dans certaines des formes de réalisation particulières de ce procédé exposé ci-après, on fait mention d'un refroidissement dit "lent", d'un refroidissement dit "rapide" et/ou d'un refroidissement dit "accéléré".
- [0058] D'une façon générale, le "refroidissement lent" correspond généralement à une diminution de la température de 10° à 40°C par heure, dépendant de l'épaisseur de la tôle, de la composition de l'acier et de la température initiale de la tôle.
- 35 [0059] Par contre, par le "refroidissement rapide", qui a généralement lieu au moyen d'un fluide correspond généralement à une diminution de la température de 10 à 300°C par seconde, dépendant de l'épaisseur de la tôle, de la composition de la tôle et de la température initiale de la tôle.
- [0060] Un refroidissement accéléré par trempe de la bobine enroulée dans un liquide correspond généralement à une diminution de la température avec une vitesse supérieure à 10°C par minute.
- 40 [0061] Les graphiques représentés schématiquement aux figures 1 à 15 illustrent quelques formes d'exécution particulières de ce procédé, qui est appliqué sur une brame ou un lingot d'acier répondant à la composition précitée et ayant suivi un réchauffage à des températures de 1100°C à 1350°C pendant 130 à 250 minutes.
- 45 [0062] Dans la première forme de réalisation suivant la figure 1, après la première étape, comprenant le laminage à chaud dans le domaine austénitique au-dessus de la température  $A_3$ , représenté par le segment de droite 1, suivi du refroidissement, représenté par le segment de droite 2, pour obtenir une structure trempée de bainite et/ou de martensite, et la deuxième étape formée par le revenu, représenté par la référence 3, qui a lieu par recuit "cloche" à une température comprise entre 300°C et la température  $A_1$ , pendant au moins 4 heures, on obtient une tôle comprenant des carbures de fer (cémentite) dans lesquelles les éléments carburiènes, tels que le Mn a diffusé, plus particulièrement de la cémentite enrichie en manganèse, chrome, molybdène et/ou bore et éventuellement des précipités secondaires formés de micro-alliage de ces éléments dans la matrice de ferrite.
- 50 [0063] Par recuit "cloche", il y a lieu d'entendre en fait un recuit discontinu effectué sur une tôle enroulée en bobine dans un four maintenu à la température souhaitée.
- 55 [0064] Après un refroidissement 5, lent ou accéléré par trempe, la tôle a été soumise à la troisième étape, qui comprend le traitement thermique précité 4, formé soit d'un recuit en continu dans la zone de température située entre la température  $A_1$  et  $A_3$ , de préférence de tout au plus 900°C, pendant 1 seconde à 5 minutes, soit d'un recuit "cloche" intercritique dans la zone de température susdite. Pendant ce recuit a lieu la transformation des carbures (cémentite) en austénite, dont la composition chimique sera enrichie par les éléments contenus et les carbures avec une germination de l'austénite aux joints du grain cémentite/ferrite. Ce recuit est alors suivi d'un refroidissement rapide, lié à la technologie classique du recuit en continu qui est un recuit d'une tôle déroulée, ou d'un refroidissement lent ou accéléré par trempe, qui, dans ce cas, peut être réalisé sur une tôle en bobine.
- [0065] Dans le cas d'un recuit en continu, des bandes de tôle déroulée sont soudées bout à bout de manière à

- obtenir en pratique une bande sans fin. Ainsi, dans un tel cas, la durée de recuit est extrêmement limitée et est généralement comprise entre quelques secondes et quelques minutes, alors que le recuit cloche prend généralement plusieurs heures. Dans ce dernier cas, si nécessaire, un refroidissement accéléré par trempe peut également être appliqué.
- 5 [0066] Par ailleurs, si nécessaire, un décapage de la calamine peut être appliqué avant ou après la deuxième étape précitée. Le décapage peut être réalisé soit par une attaque chimique de la calamine dans un bain d'acide soit par une réduction de la calamine lors d'un recuit en une atmosphère réductrice riche en hydrogène.
- [0067] Enfin, la tôle est soit non revêtue, soit revêtue par dépôt métallique électrochimique, soit galvanisée par exemple après la mise en forme.
- 10 [0068] La figure 2 concerne une deuxième forme de réalisation du procédé suivant l'invention qui se distingue par rapport à celle de la figure 1 par le fait que le revenu 3 par recuit cloche est réalisé à une température inférieure à la température  $A_1$  et est immédiatement suivi par le traitement thermique 4 formé par un revenu intercritique par recuit cloche entre la température  $A_1$  et une température de 50°C au-dessus de cette température  $A_1$ .
- 15 [0069] Dans ce cas, un chauffage relativement lent peut avoir lieu entre le revenu 3 et le traitement thermique 4, au cours duquel se forme également de l'austénite résiduelle. Ce traitement thermique 4 est alors suivi d'un refroidissement 5, qui peut être un refroidissement lent généralement lié à la technologie classique de recuit cloche ou un refroidissement accéléré par trempe.
- [0070] La troisième forme de réalisation, illustrée par la figure 3, se distingue par rapport aux deux précédentes par le fait que le revenu 3, comme le traitement thermique précité 4, ont lieu à la même température qui est supérieure à la température  $A_1$  et inférieure à la température  $A_1 + 50^\circ\text{C}$ , de manière à constituer ainsi une seule et même opération.
- 20 [0071] Au cours du chauffage, qui précède cette opération, commence la formation d'une microstructure de fines particules de cémentite avec des noyaux pour des germes d'austénite lors de l'austénisation à la température du revenu 3 et du traitement thermique 4. Comme dans la forme de réalisation précédente, cette opération est alors suivie d'un refroidissement lent ou accéléré 5, comme dans les deux formes de réalisations précédentes.
- 25 [0072] La quatrième forme de réalisation, illustrée par la figure 4, se distingue par rapport à la troisième forme de réalisation par le fait que le laminage à chaud 1 est suivi d'abord d'un refroidissement 2 et d'un bobinage à une température d'un recuit "cloche" de la bobine noire, c'est-à-dire non décapée. Le décapage peut avoir lieu après le refroidissement 5.
- 30 [0073] La cinquième forme de réalisation, illustrée par la figure 5, se distingue par rapport à la précédente par le fait que le bobinage, après le laminage à chaud 1, a lieu à une température  $t_2$  pour laquelle la microstructure est composée de ferrite/perlite ou ferrite/perlite/bainite.
- [0074] Comme variante aux formes de réalisation des figures 4 et 5, on peut, comme dans la deuxième forme de réalisation et comme indiqué en traits interrompus 3' sur ces figures 4 et 5, réaliser le revenu 3 à une température inférieure à la température  $A_1$ .
- 35 [0075] La sixième forme de réalisation, illustrée par la figure 6, se différencie par rapport à la précédente par le fait que, d'une part, le bobinage de la tôle, après le laminage à chaud, a lieu à une température supérieure à la température  $A_1$  et inférieure à la température  $A_1 + 50^\circ\text{C}$ , ceci pour garder une fraction d'austénite non transformée et que, d'autre part, ce bobinage est suivi d'un maintien sensiblement à cette température sous une cloche d'isolation pendant au moins 4 heures pour enrichir l'austénite non transformée en éléments gammagénés, tels que le manganèse et/ou bore.
- 40 [0076] Les formes de réalisation précédentes permettent d'obtenir un produit laminé à chaud (LAC) pouvant présenter plusieurs types de microstructures, dont la nature est liée à la composition chimique de l'austénite formée et à la vitesse de refroidissement finale (diagramme TRC). Il s'agit donc d'une matrice de ferrite avec des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et/ou martensite.
- 45 [0077] Avantageusement, l'acier laminé à chaud peut encore subir, comme déjà mentionné ci-dessus, après décapage soit par un bain d'acide soit par un recuit dans une atmosphère réductrice, une étape de galvanisation et/ou de métallisation électrochimique, de manière à obtenir une tôle d'acier galvanisé ou électrozingué, par exemple.
- 50 [0078] Les formes de réalisation du procédé suivant l'invention illustrées schématiquement par les graphiques des figures 7 à 15 sont relatives à une bobine qui a subi un refroidissement sensiblement jusqu'à la température ambiante, suivi éventuellement d'un laminage à froid avec, par exemple, un taux de réduction entre 40 % et 90 %.
- [0079] Ainsi, la septième forme de réalisation suivant la figure 7 se distingue par rapport à celle de la figure 1 par le fait qu'un refroidissement 5 dit "lent" ou accéléré par trempe avec éventuellement un laminage à froid classique 6, est intercalé entre le revenu 3 et le traitement thermique 4, qui, dans cette forme de réalisation, est formé d'un recuit en continu intercritique.
- 55 [0080] Lors de ce laminage à froid 6, on réalise généralement un taux de réduction de l'épaisseur de la tôle entre 40 et 90 % et une microstructure écrouie, qui se recristallise lors du recuit subséquent 4. Si un tel laminage à froid est prévu, celui-ci est précédé d'un décapage qui peut se faire avant ou après l'opération de revenu 3.
- [0081] Il y a encore lieu de remarquer que la tôle soumise au laminage à froid 5 est, avant le recuit 4, essentiellement

constituée de ferrite et de cémentite riche en éléments carburigènes, tels que le Mn, Cr, Mo et/ou B.

[0082] La forme de réalisation suivant la figure 8 est une variante de la précédente, qui s'en distingue par le fait que le traitement thermique 4 est formé par un recuit intercritique discontinu, encore appelé "recuit intercritique cloche".

5 [0083] Les formes de réalisation suivant les figures 9 et 10 se distinguent de celle de la figure 8 par le fait que le revenu 3 est dissocié en un revenu partiel 3a à une température inférieure à la température A<sub>1</sub> et un revenu 3b entre la température A<sub>1</sub> et la température A<sub>1</sub> + 50°C. Dans la forme de réalisation suivant la figure 9, le traitement thermique 4 est un recuit continu intercritique, alors que dans la forme de réalisation suivant la figure 10, il s'agit d'un recuit intercritique par recuit cloche.

10 [0084] Les deux formes de réalisation suivant les figures 11 et 12 se distinguent par rapport aux formes de réalisation précédentes par le fait qu'aussi bien le revenu 3 que le traitement thermique 4 ont lieu à une température supérieure à la température A<sub>1</sub> et que, de plus, ces deux opérations 3 et 4 sont séparées par un refroidissement 5 et un laminage à froid 6.

[0085] Dans la forme de réalisation suivant la figure 11, il s'agit d'un recuit continu intercritique 3, et, dans celle de la figure 12, il s'agit d'un recuit intercritique par recuit cloche 3.

15 [0086] Dans ces deux formes de réalisation, l'austénite formée est enrichie en éléments dits "gammagènes", tels que Mn, B et/ou C, lors du revenu 3.

[0087] Dans la forme de réalisation illustrée par la figure 13, le laminage à chaud 1 est suivi par un léger refroidissement 2 et un bobinage inférieur à la température A<sub>1</sub> et au-dessus de la température t<sub>2</sub> du début de la formation de bainite pour obtenir une microstructure ferrite/perlite. Cette température de la bobine est alors maintenue par isolation thermique sous cloche pendant au moins 4 heures, comme dans la forme de réalisation illustrée par la figure 6.

[0088] La forme de réalisation suivant la figure 14 est comparable à celle de la figure 4 ou à celle de la figure 5, à l'exception qu'un refroidissement 5, dit "lent" ou accéléré par trempe, éventuellement avec un laminage à froid 6, est prévu entre le revenu 3 et le traitement thermique 4. Le traitement thermique 4 peut être réalisé par un recuit continu intercritique ou par un recuit intercritique cloche.

25 [0089] La forme de réalisation suivant la figure 15 se distingue par rapport à celle de la figure 13 par le fait que le laminage à chaud 1 est immédiatement suivi par un maintien sous cloche d'isolation à une température entre la température A<sub>1</sub> et la température A<sub>1</sub> + 50°C pour garder de l'austénite non transformée dans la microstructure.

30 [0090] Dans les formes de réalisation illustrées par les différentes figures, lorsque le traitement thermique 4 est formé par un recuit continu intercritique, celui-ci a généralement lieu à une température comprise entre la température A<sub>1</sub> et 900°C pendant 1 seconde à 5 minutes, combiné éventuellement soit avec une métallisation par trempe, soit suivi par une métallisation par dépôt électrochimique. Si le traitement thermique 4 est formé d'un recuit intercritique cloche, celui-ci a de préférence lieu à une température se situant entre la température A<sub>1</sub> et 50°C au-dessus de cette température.

35 [0091] Il s'est avéré que l'acier obtenu suivant le procédé décrit ci-dessus, plus particulièrement les formes de réalisation particulières illustrées par les figures 1 à 15, présentent notamment les propriétés suivantes :

- une meilleure qualité de surface et d'aptitude à la galvanisation comparés aux aciers multiphasés contenant du Si,
- un bon rapport entre la limite d'élasticité et la charge de rupture,
- de bonnes propriétés de formage, un allongement uniforme élevé,
- 40 - une augmentation de la limite d'élasticité et de la charge de rupture par effet de la précipitation secondaire des éléments de micro-alliages lors du revenu par rapport aux aciers multiphasés classiques,
- un coefficient d'écrouissage élevé lors d'une déformation,
- une protection contre la striction, grâce aux valeurs n élevées et un allongement uniforme élevé,
- 45 - un palier de vermiculure ("yield point elongation") faible ou non existant permettant des allongements de "skinpass" faibles,
- un bon comportement à la fatigue mécanique par une combinaison de phases dures formées de bainite et de martensite, et de phases douces, de ferrite et austénite résiduelle,
- une valeur d'absorption d'énergie élevée pendant la déformation à haute vitesse par suite des mécanismes de multiplication des dislocations.

50 [0092] Afin de permettre d'illustrer davantage l'objet de la présente invention, ci-après sont donnés quelques exemples concrets de compositions chimiques d'un acier multiphasé suivant l'invention et de paramètres des différentes étapes de l'élaboration appliquée sur cet acier.

#### 55 Exemple 1

[0093] Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 7.

Composition chimique :

[0094]

5      0,16 % C  
       1,60 % Mn  
       0,40 % Si

10     1)

Réchauffage : température : 1280°C  
                   temps : 150 min.

- 15     2) Laminage de dégrossissage : température finale : 1100°C (1<sup>ère</sup> étape)  
       3) Laminage de finition : température finale : 850°C  
       4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement : 50°C/s  
       5) Température de bobinage :  
                   inférieure à 400°C, refroidissement naturel à l'air  
       6) Décapage :  
       7) Recuit cloche : (2<sup>e</sup> étape)

25

|                            |        |
|----------------------------|--------|
| vitesse de chauffage       | 40°C/h |
| température de maintien    | 640°C  |
| durée de maintien          | 40 h   |
| vitesse de refroidissement | 15°C/h |

8) Laminage à froid :

30

|                   |      |
|-------------------|------|
| taux de réduction | 60 % |
|-------------------|------|

9) Recuit continu : (3<sup>e</sup> étape)

35

|                            |        |
|----------------------------|--------|
| vitesse de chauffage       | 15°C/s |
| température de maintien    | 740°C  |
| durée de maintien          | 50 sec |
| vitesse de refroidissement | 40°C/s |
| allongements de skinpass   | 0,2 %  |

40

10) Galvanisation par passage dans un bain de zinc liquide.

[0095] La figure 16 montre schématiquement une coupe transversale de l'acier suivant cet exemple pourvu d'un revêtement 8 de zinc obtenu par galvanisation. Cet acier comprend une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 d'austénite résiduelle de dimensions sensiblement équivalentes.

[0096] Propriétés mécaniques obtenues lors d'un essai industriel sur un échantillon de tôle d'une épaisseur de 1,5 mm prélevé en axe de la tôle dans le sens de laminage soumise à un essai de traction suivant norme ISO avec éprouvette, base 80 mm, largeur 20 mm.

50

|                                    |       |
|------------------------------------|-------|
| Limite d'élasticité Rp 0,2 % (MPa) | 370   |
| Charge de rupture Rm (MPa)         | 580   |
| Rapport Rp 0,2 %/Rm (%)            | 63,8  |
| Allongement de palier (%)          | 1,1   |
| allongement uniforme (%)           | 18,8  |
| Allongement total (%)              | 31,2  |
| Coefficient d'écrouissage n        | 0,262 |
| Coefficient d'anisotropie r        | 1,32  |

55

**Exemple 2**

[0097] Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 3.

5

**Composition chimique :**

[0098]

10

0,10 % C  
0,20 % Mn  
1,00 % Si  
0,06 % Ti  
0,050 % B

15

1)

Réchauffage : température : 1300°C  
temps : 200 min.

20

- 2) Laminage de dégrossissage: température finale :  
1100°C (1<sup>ère</sup> étape)
- 3) Laminage de finition : température finale : 860°C
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement : 25°C/s
- 5) Température de bobinage :  
inférieure à 300°C, refroidissement naturel à l'air
- 6) Décapage :
- 7) Recuit cloche :

30

|                            |         |
|----------------------------|---------|
| vitesse de chauffage       | 100°C/h |
| température de maintien    | 740°C   |
| durée de maintien          | 200 h   |
| vitesse de refroidissement | 25°C/h  |

35

[0099] La figure 17 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple.

[0100] Cet acier comprend une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément les îlots 10 de bainite de dimensions sensiblement équivalentes.

40

**Exemple 3**

[0101] Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 7

45

**Composition chimique :**

[0102]

50

0,80 % C  
3,00 % Mn  
0,2 % Si

1)

55

Réchauffage : température : 1150°C  
temps : 135 min.

- 2) Laminage de dégrossissage : température finale :  
1000°C (1<sup>ère</sup> étape)
- 3) Laminage de finition : température finale : 750°C
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement : 40°C/s
- 5) Température de bobinage : inférieure à 200°C, refroidissement naturel à l'air
- 6) Décapage
- 7) Recuit cloche : (2<sup>e</sup> étape)

10

|                            |        |
|----------------------------|--------|
| vitesse de chauffage       | 60°C/h |
| température de maintien    | 300°C  |
| durée de maintien          | 10 h   |
| vitesse de refroidissement | 50°C/h |

15

- 8) Laminage à froid :

|                   |      |
|-------------------|------|
| taux de réduction | 40 % |
|-------------------|------|

20

- 9) Recuit continu :

|                            |         |
|----------------------------|---------|
| vitesse de chauffage       | 10°C/s  |
| température de maintien    | 730°C   |
| durée de maintien          | 240 sec |
| vitesse de refroidissement | 100°C   |
| allongements de skinpass   | ≥ 0,2 % |

25

- 10) Electrozinguage

30

[0103] La figure 18 montre schématiquement la microstructure de l'acier obtenu suivant cet exemple pourvu d'un revêtement de zinc 8 formé par électrodéposition. Cet acier présente une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 de martensite de dimensions très réduites.

#### Exemple 4

[0104] Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 7

#### Composition chimique

[0105]

0,170 % C  
45 1,800 % Mn  
0,020 % Ti  
0,080 % V  
0,003 % B

- 50 1) Réchauffage à 1280°C, pendant 150 min  
2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1100°C  
3) Laminage de finition : température finale de 910°C jusqu'à une épaisseur de 2,0 mm  
4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 50°C/s  
5) Température de bobinage : température de 350°C, refroidissement du coil à l'air jusqu'à la température ambiante  
55 6) Décapage classique, c.à.d. avec la bobine déroulée dans l'HCl chaud  
7)

Recuit de base : montée de 40°C/heure

température du maintien de 520°C  
durée du maintien de 40 h  
vitesse de refroidissement de 15°C/heure jusqu'à la température ambiante

- 5        8) Laminage à froid avec un taux de réduction de 60%  
9)

10      Recuit continu : montée de 15°C/s  
température du maintien de 820°C  
durée du maintien 46 s  
vitesse de refroidissement de 30°C/s  
niveau de skinpass de 0,6 %

- 15      10) Métallisation : galvanisation classique combinée avec le recuit continu

20      [0106] Les propriétés mécaniques obtenues lors d'un essai industriel sur un échantillon de tôle d'une épaisseur de 1,5 mm prélevé en axe de la tôle dans le sens de laminage soumise à une traction de 20/80 (Norme ISO) sont comme suit :

|    |                                   |       |
|----|-----------------------------------|-------|
| 25 | Limite d'élasticité Rp0.2% (MPa): | 471   |
|    | Charge de rupture Rm (MPa):       | 649   |
|    | Rapport Rp0.2% / Rm (%)           | 72,6  |
|    | Allongement de palier (%)         | 1,0   |
|    | Allongement uniforme (%)          | 14,1  |
|    | Allongement total (%)             | 28,3  |
|    | Coefficient d'écrouissage n       | 0,221 |

30      [0107] La figure 19 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple pourvu d'un revêtement de zinc 8 formé par galvanisation. Cet acier présente une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 d'austénite résiduelle et des précipités 11 de carbures de vanadium.

#### Exemple 5

35      [0108] Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 13.

#### Composition chimique

- 40      [0109]

0,800 % C  
3,000 % Mn

- 45      1) Réchauffage à 1100°C pendant 200 min  
2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1000°C  
3) Laminage de finition : température finale de 740°C jusqu'à une épaisseur de 1,5 mm  
4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 10°C/s  
5) Température de bobinage : température de 620°C, maintien par cloche d'isolation  
50      6)

Cloche d'isolation : température du maintien de 620°C  
durée du maintien de 168 h  
vitesse de refroidissement de 25°C/heure

55      7) Laminage à froid avec un taux de réduction de 50 %  
8)

Recuit continu :  
montée de 10°C/s  
température du maintien de 850°C  
durée du maintien 40 s  
vitesse de refroidissement de 25°C/s  
sans skinpass

5

9) Métallisation : revêtement par électrozingage.

[0110] La figure 20 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple pourvu d'un revêtement de zinc 8 formé par électrodéposition. Cet acier comprend une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots de martensite 10.

10

Exemple 6

15

[0111] Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 14.

Composition chimique

20

[0112]

25

0,100 % C  
0,200 % Mn  
0,400 % Si  
0,040 % Ti  
0,050 % Nb  
0,200 % Cr  
0,200 % Mo

30

- 1) Réchauffage à 1300°C pendant 135 min
- 2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1100°C
- 3) Laminage de finition : température finale de 890°C jusqu'à une épaisseur de 3,0 mm
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 50°C/s
- 5) Température de bobinage : température de 400°C, application directe du recuit de base
- 6)

35

Recuit base :  
montée de 60°C/h  
température du maintien de 580°C  
durée du maintien de 20 h  
vitesse de refroidissement de 50°C/heure

40

- 7) Décapage classique
- 8) Laminage à froid avec un taux de réduction de 70 %
- 9)

45

Recuit continu :  
montée de 10°C/s  
température du maintien de 740°C  
durée du maintien 240 s  
vitesse de refroidissement de 70°C/s  
niveau de skinpass de 0,6 %

50  
55

[0113] La figure 21 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple. Cet acier comprend une matrice de ferrite 8 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 de martensite et de bainite ainsi que des précipités 11 de carbures de titane et de carbures de niobium.

Exemple 7

[0114] Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de

la figure 6.

Composition chimique

5 [0115]

0,150 % C  
2,000 % Mn  
0,030 % B

10

- 1) Réchauffage à 1280°C pendant 150 min
- 2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1100°C
- 3) Laminage de finition : température finale de 840°C jusqu'à une épaisseur de 6,0 mm
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 15°C/s
- 5) Température de bobinage: température de 740°C, maintien par cloche d'isolation
- 6)

15

Cloche d'isolation : température du maintien de 740°C  
durée du maintien de 40 h

20

vitesse du refroidissement accéléré de 5°C/s

[0116] La figure 22 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple pourvu d'un film de calamine 8. Cet acier présente une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 de martensite et d'austénite résiduelle.

25

Exemple 8

[0117] Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 5.

30

Composition chimique

[0118]

35 0,400 % C  
0,600 % Mn  
0,020 % Ti  
0,002 % B  
0,400 % Al  
40 0,400 % Si

45

- 1) Réchauffage à 1250°C pendant 200 min
- 2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1080°C
- 3) Laminage de finition : température finale de 800°C jusqu'à une épaisseur de 2,5 mm
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 20°C/s
- 5) Température de bobinage: température de 600°C, application directe du recuit base
- 6)

50

Recuit base : montée de 30°C/h  
température du maintien de 750°C  
durée du maintien de 100 h  
refroidissement naturel à l'air

55

7) Décapage classique.

[0119] La figure 23 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple comprenant une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots de bainite.

[0120] Il est bien entendu que l'invention n'est pas limitée à la forme de réalisation du procédé de préparation par-

ticulier d'un acier, mais, par contre, s'étend à tout acier présentant sensiblement la même structure et morphologie que l'acier multiphasé obtenu par le procédé spécifique décrit ci-dessus et illustré par les figures annexées.

## 5 Revendications

1. Produit plat, tel que tôle, en acier multiphasé dont la composition chimique contient du carbone et du manganèse, caractérisé en ce que cet acier a une structure susceptible d'être obtenue par un procédé comprenant les étapes
  - 10 - le laminage à chaud, à une température à laquelle la phase austénitique est stable, d'un acier contenant de 0,05 à 0,8 % de C, 0,2 à 3,0 % de Mn et Si ≤ 1 %,
  - un maintien ou revenu à une température comprise entre 300°C et une température de 50°C au-dessus de la température eutectoïde ( $A_1$ ) pendant au moins 4 heures, suivi éventuellement d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante, de manière à former une phase enrichie en éléments carburigènes et/ou gamma-gènes, tels que le carbone et le manganèse dans une matrice de ferrite,
  - 15 - un traitement thermique à une température supérieure à la température eutectoïde susdite ( $A_1$ ) et inférieure à la température de formation d'austénite ( $A_3$ ) de manière à former des îlots d'austénite et/ou d'enrichir en éléments gammagènes tels que le Mn de l'austénite déjà formée, et
  - 20 - un refroidissement subséquent jusqu'à la température ambiante d'une manière telle à obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et martensite.
2. Produit suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le procédé précité comprend une étape de décapage après le laminage à chaud.
3. Produit suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le procédé précité comprend une étape de décapage après l'étape de maintien ou de revenu à une température comprise entre 300°C et une température de 50°C au-dessus de la température eutectoïde ( $A_1$ ) ou après le traitement thermique précité.
4. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le procédé comprend une étape de refroidissement après le laminage à chaud à une vitesse et jusqu'à une température en dessous de la température  $A_1$ , qui sont telles à obtenir une microstructure contenant soit de la bainite et/ou de la martensite, soit de la perlite avec éventuellement de la ferrite.
5. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que, lorsque le laminage à chaud susdit permet d'obtenir une tôle enroulable, ce laminage est suivi par un bobinage de la tôle obtenue à une température entre la température eutectoïde ( $A_1$ ) et une température de 50°C au-dessus de cette température eutectoïde, de manière à garder de l'austénite non transformée dans la microstructure obtenue.
6. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'acier soumis au laminage à chaud précité comprend également au moins un des éléments suivants : B, Ti, Nb, Zr, V, Al, N, S, P, Cr, Ni, Cu, Mo dans les concentrations suivantes : B ≤ 0,100 %; Ti, Nb, Zr ou V chacun ≤ 0,200 %; Al ≤ 0,400 %; N ≤ 0,100 %; P ≤ 0,100 %; Cr, Ni ou Cu chacun ≤ 2,000 %; Mo ≤ 0,500 %.
7. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'acier soumis au laminage à chaud précité contient tout au plus 0,5 % de Si, plus particulièrement moins de 0,2 % de Si, et est de préférence sensiblement exempt de Si.
8. Produit suivant l'une ou l'autre des revendications 6 ou 7, caractérisé en ce que les éléments suivant : Al, N, B chacun ≤ 0,100 %; Cr ≤ 0,500 %.
9. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il présente une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et martensite, la teneur de cette phase dans la matrice de ferrite étant inférieure à 40 % en volume.
10. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 et 9, caractérisé en ce que le procédé précité comprend

une étape de refroidissement jusqu'à la température ambiante après l'étape du maintien ou de revenu précitée; cette dernière étape étant alors éventuellement suivie d'une étape de laminage à froid avant l'étape du traitement thermique précité.

- 5      11. Procédé pour la fabrication d'un produit plat, tel qu'une tôle, en d'acier suivant l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
  - le laminage à chaud, à une température à laquelle la phase austénitique est stable, d'un acier contenant de 0,05 à 0,8 % de C, 0,2 à 3,0 % de Mn et Si ≤ 1 %,
  - un revenu ou maintien à une température comprise entre 300°C et une température de 50°C au-dessus de la température eutectoïde ( $A_1$ ) pendant au moins 4 heures, suivi éventuellement d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante, de manière à former une phase enrichie en éléments gammagènes et/ou carburigènes, tel que le C et le Mn dans une matrice de ferrite,
  - un traitement thermique supérieure à la température eutectoïde susdite ( $A_1$ ) et inférieure à la température de formation d'austénite ( $A_3$ ) de manière à former des îlots d'austénite et/ou d'enrichir en éléments gammagènes, tels que le Mn de l'austénite déjà formée, et
  - un refroidissement subséquent jusqu'à la température ambiante d'une manière telle à obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et martensite.
- 10     12. Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce que le revenu précité est réalisé à une température inférieure à la température eutectoïde ( $A_1$ ) de manière à former de la cémentite et de faire diffuser des éléments carburigènes, tels que le Mn dans cette cémentite.
- 15     13. Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce que le revenu précité est réalisé à une température supérieure à la température eutectoïde ( $A_1$ ) de manière à former de l'austénite et faire diffuser des éléments gammagènes dans cette austénite.
- 20     14. Procédé suivant la revendication 11 ou 12, caractérisé en ce que le revenu précité est suivi, avant le traitement thermique précité, d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante d'une manière telle à freiner l'enrichissement de la phase déjà enrichie en éléments gammagènes et/ou carburigènes.
- 25     15. Procédé suivant la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce que le traitement thermique est formé d'un recuit en continu à une température de tout au plus 900°C pendant tout au plus 5 minutes, de manière à transformer la phase enrichie en éléments gammagènes et/ou carburigènes en austénite dont la composition chimique correspond sensiblement à celle de la phase enrichie en éléments gammagènes et/ou carburigènes, ce recuit étant alors suivi d'un refroidissement rapide, par exemple de l'ordre de 10°C à 300°C par seconde.
- 30     16. Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce que le revenu précité est directement suivi, sans refroidissement intermédiaire, du traitement thermique précité, formé d'un recuit cloche pendant au moins 2 heures, d'une manière telle à transformer de la cémentite en austénite, ce traitement thermique étant alors suivi d'un refroidissement par exemple de l'ordre de 10°C à 40°C par heure ou un refroidissement accéléré par trempe, par exemple de l'ordre de 20°C par minute.
- 35     17. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 16, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de refroidissement entre le laminage à chaud et le maintien ou revenu précité.
- 40     18. Procédé suivant la revendication 17, caractérisé en ce que le refroidissement précité est suivi d'un décapage et éventuellement d'un laminage à froid avant le traitement thermique précité.
- 45     19. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 18, caractérisé en ce que le traitement thermique est formé d'un recuit cloche et est suivi d'un refroidissement lent; par exemple de l'ordre de 10° à 40°C par heure ou d'un refroidissement accéléré par trempe, par exemple de l'ordre de 20°C par minute.
- 50     20. Procédé suivant la revendication 18 ou 19, caractérisé en ce que le laminage à froid est suivi d'un recuit à une température comprise entre la température eutectoïde ( $A_1$ ) et la température de formation d'austénite ( $A_3$ ), ce recuit étant alors suivi d'un refroidissement rapide, par exemple de l'ordre de 10°C à 300°C par seconde.

- 5        21. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 20, caractérisé en ce que le revenu précité est réalisé en deux stades successifs, un premier stade à une température entre 300°C et la température eutectoïde ( $A_1$ ) et un deuxième stade à une température comprise entre à la température eutectoïde ( $A_1$ ) et une température de 50°C au-dessus de cette température  $A_1$ .
- 10      22. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 20, caractérisé en ce que le revenu ou maintien précité et le traitement thermique précité sont réalisés en une seule opération à une température  $A_1$  et 50°C au-dessus de cette température  $A_1$ .
- 15      23. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 16 et 18 à 22, caractérisé en ce que le laminage à chaud est directement suivi du revenu soit à une température supérieure à la température  $A_1$  et inférieure à la température  $A_1 + 50^\circ\text{C}$  soit à une température inférieure à la température  $A_1$ .
- 20      24. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 22, caractérisé en ce qu'il comprend, entre le laminage à chaud et le maintien ou revenu précité, un refroidissement et bobinage soit à une température à laquelle la microstructure est composée par la bainite et/ou la martensite, soit à une température inférieure à la température  $A_1$  à laquelle la microstructure est composée de la ferrite/perlite ou ferrite/perlite/bainite.
- 25      25. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 24, caractérisé en ce que le traitement thermique est combiné ou suivi par une étape de formation d'un revêtement métallique, tel que la galvanisation ou une métallisation électrochimique.

26

30

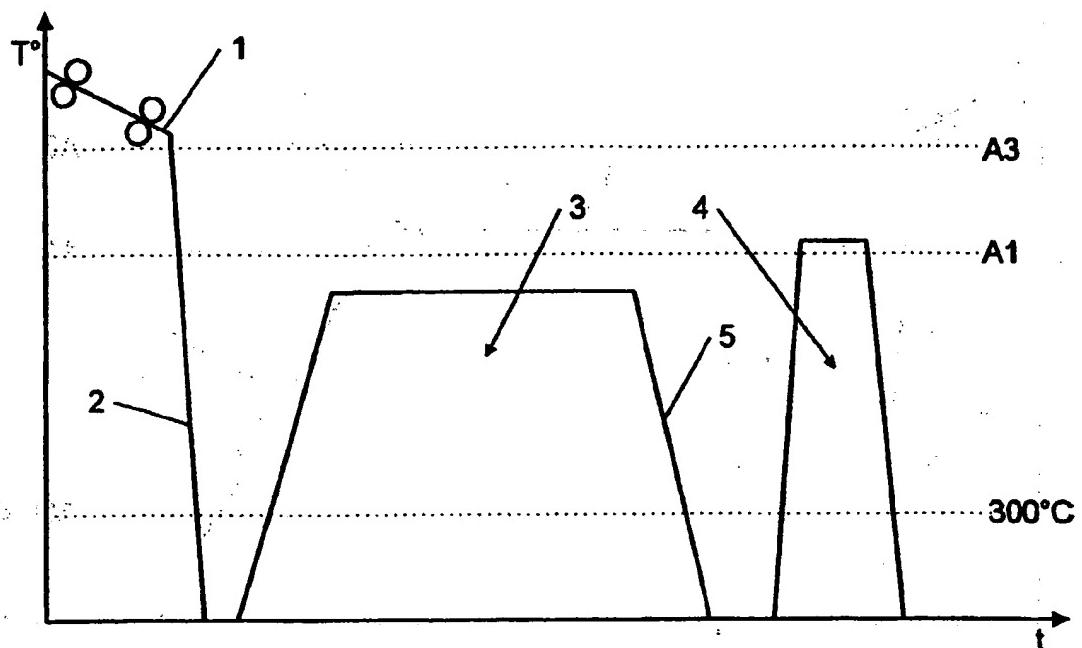
35

40

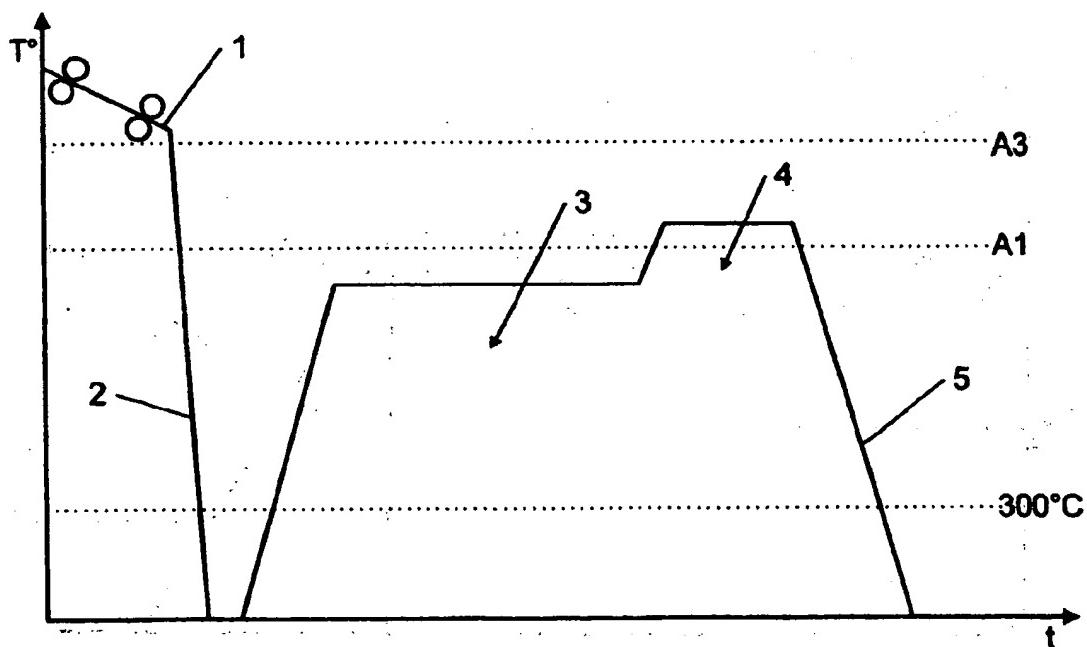
45

50

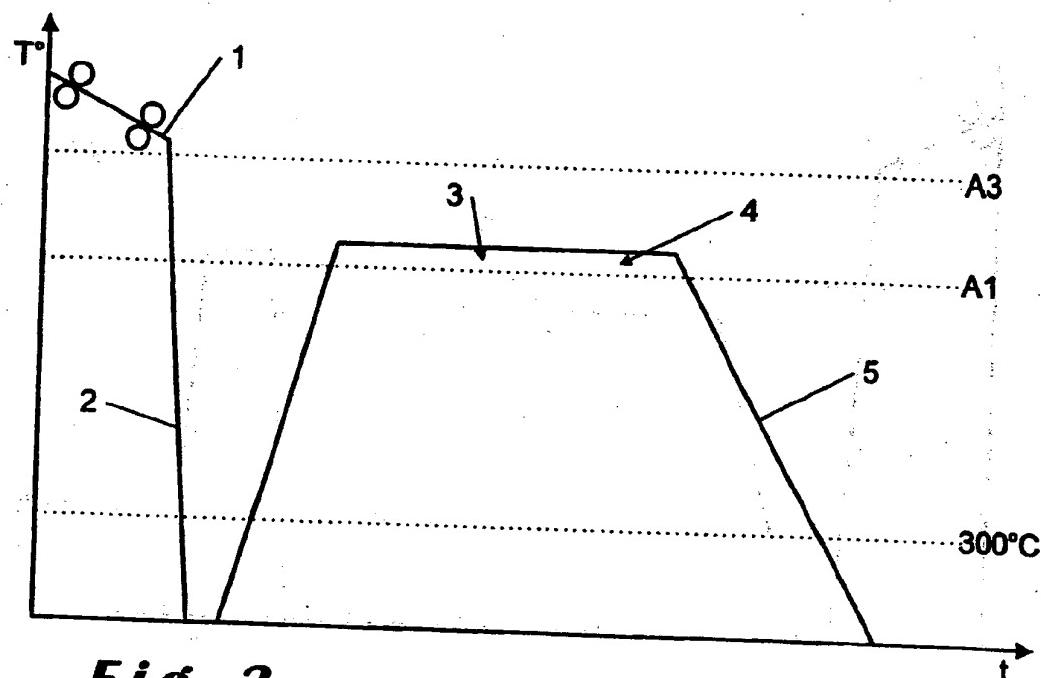
55



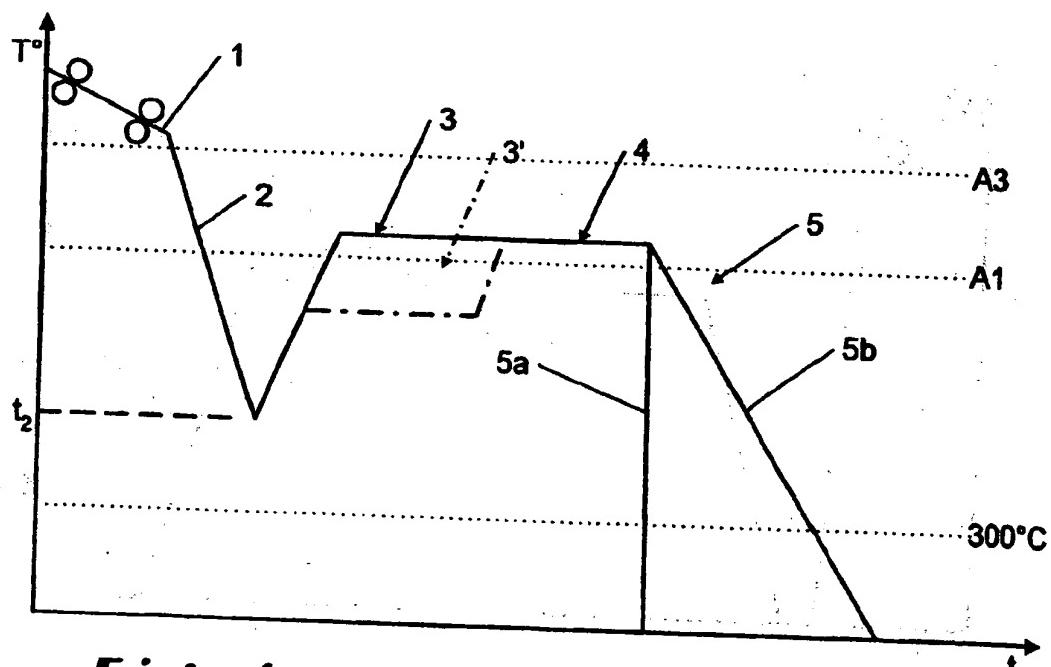
*Fig. 1*



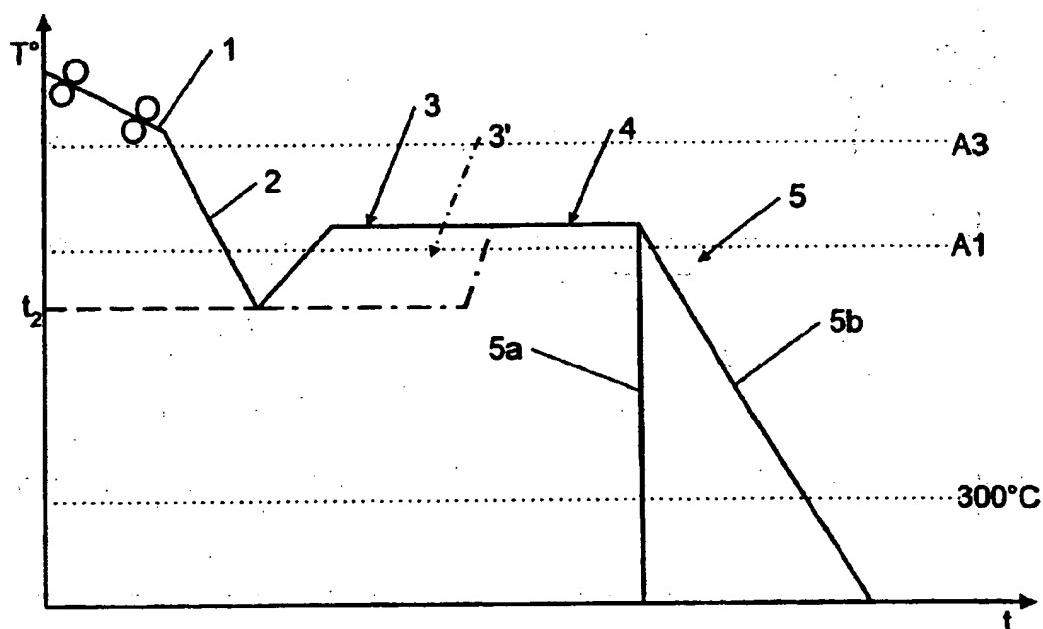
*Fig. 2*



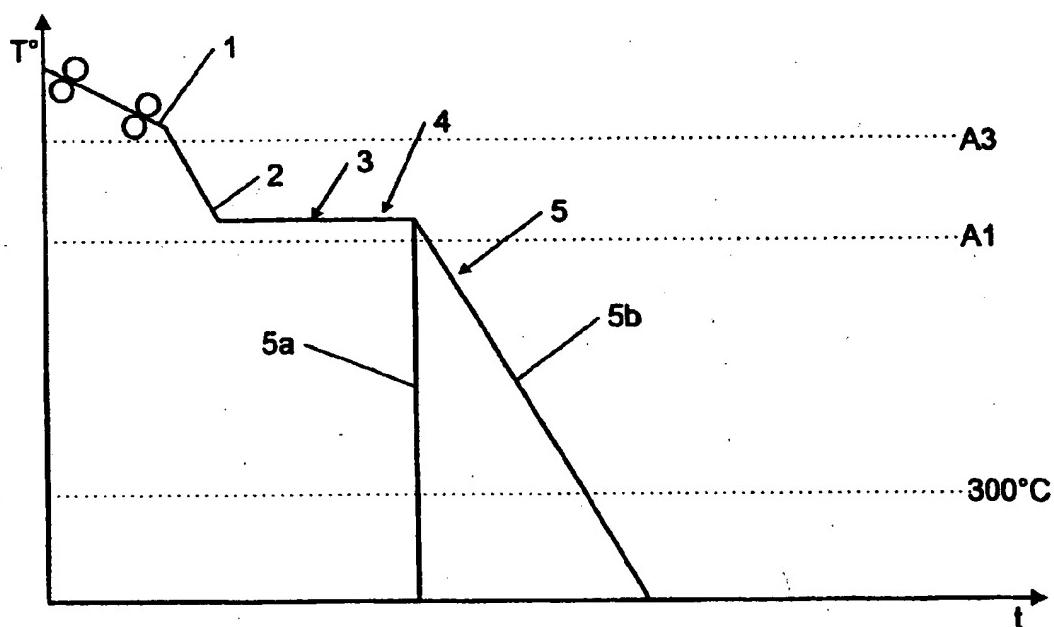
*Fig. 3*



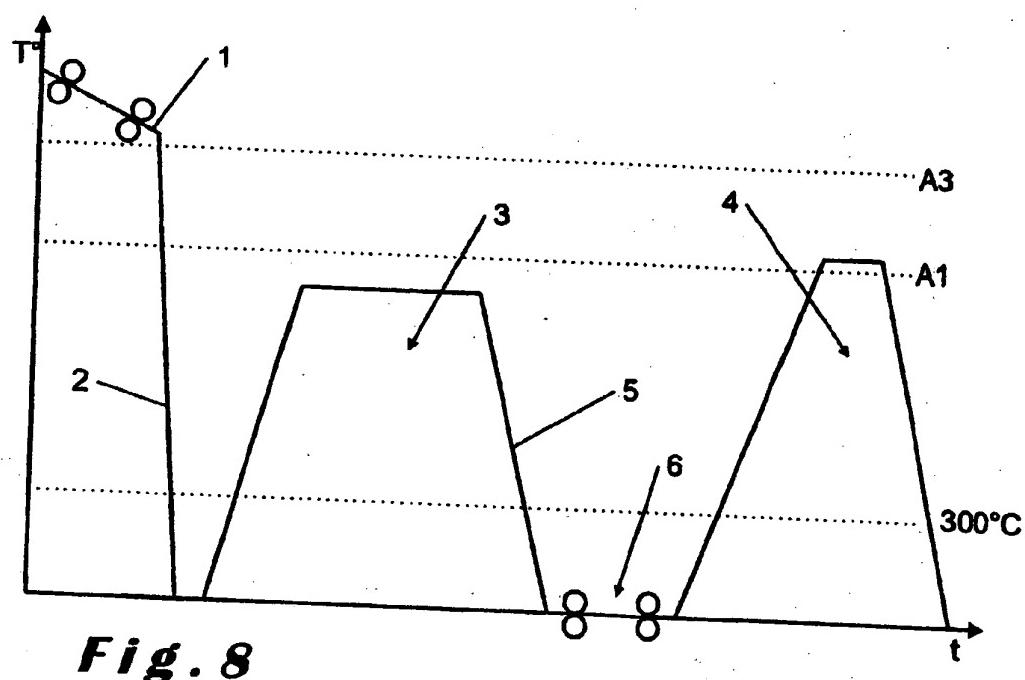
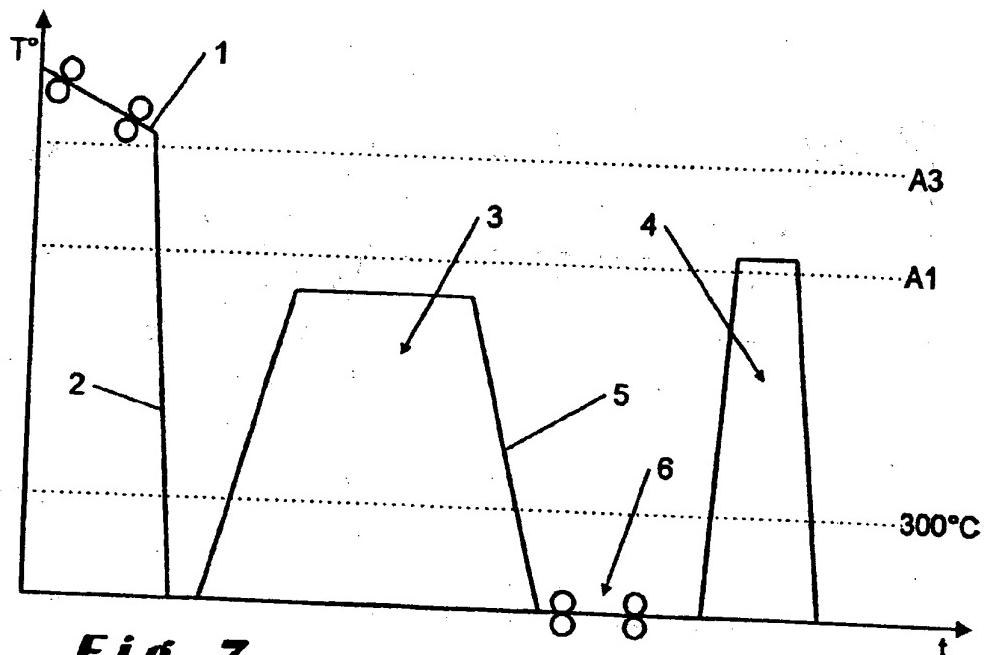
*Fig. 4*

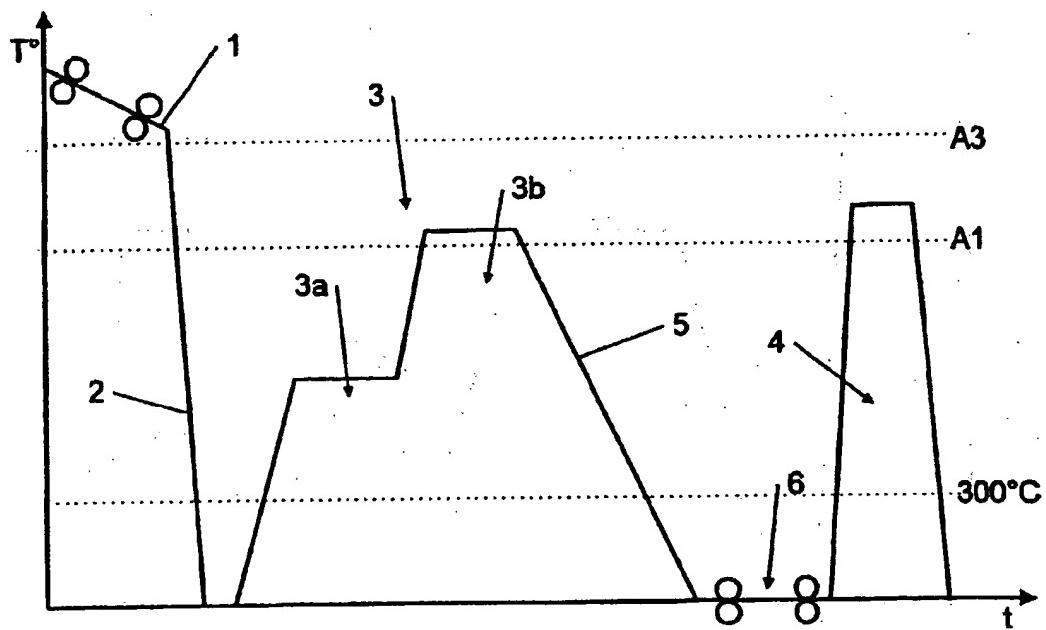


*Fig. 5*

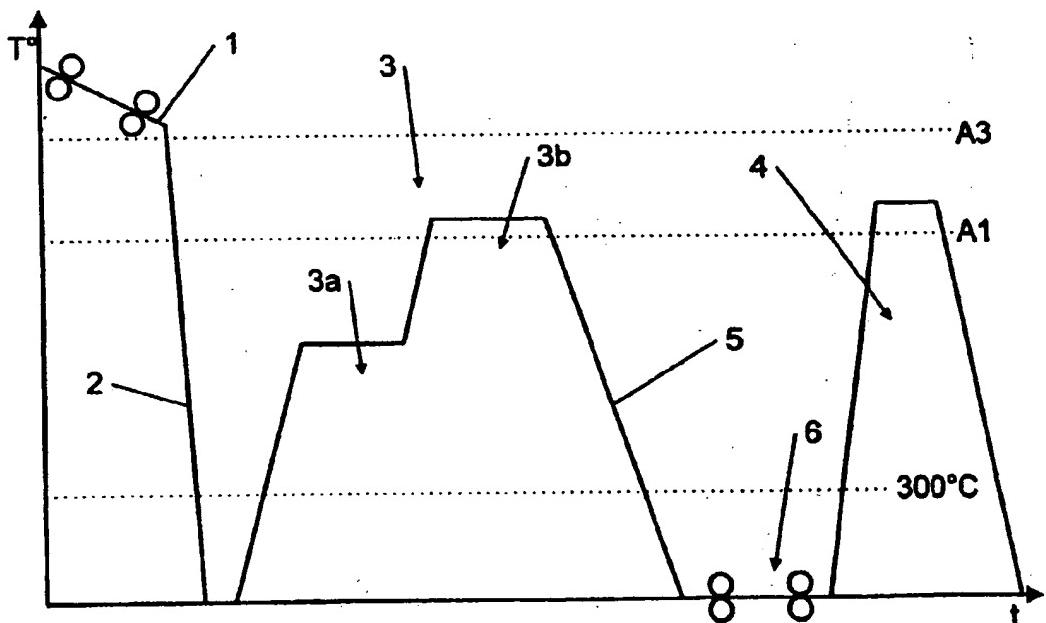


*Fig. 6*

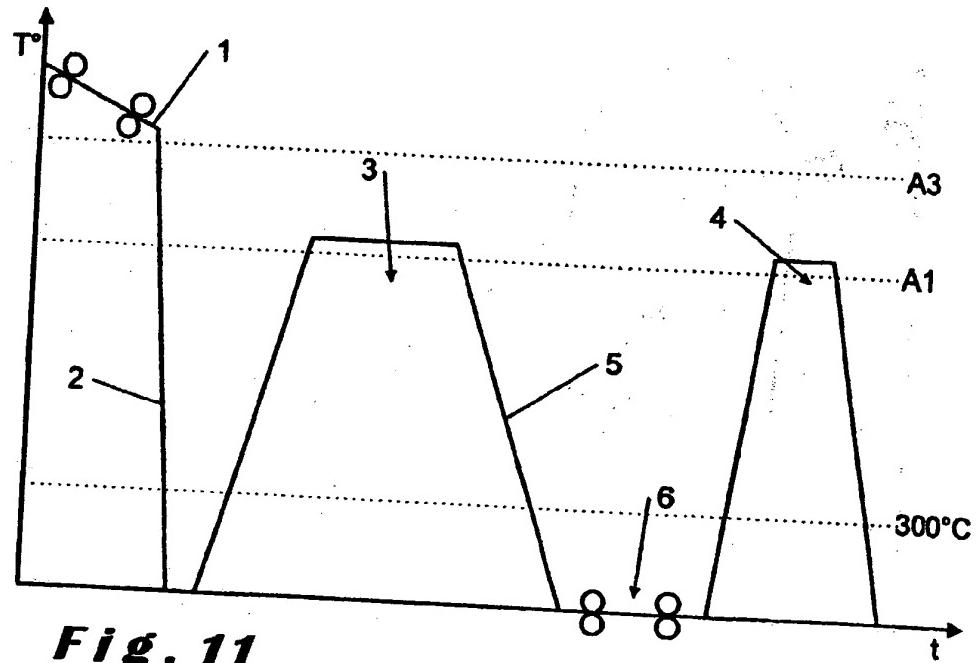




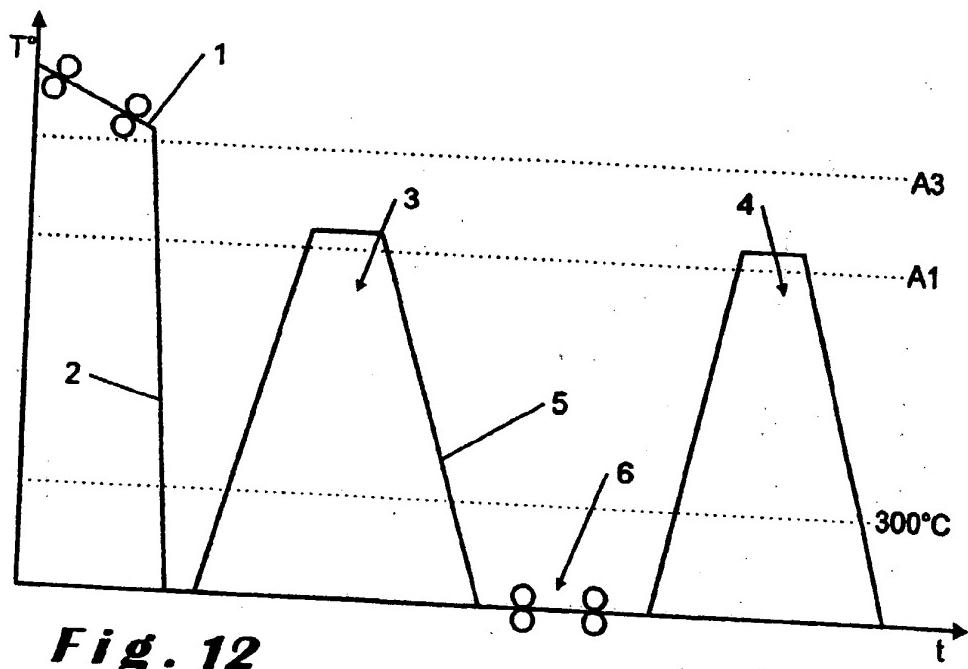
*Fig. 9*



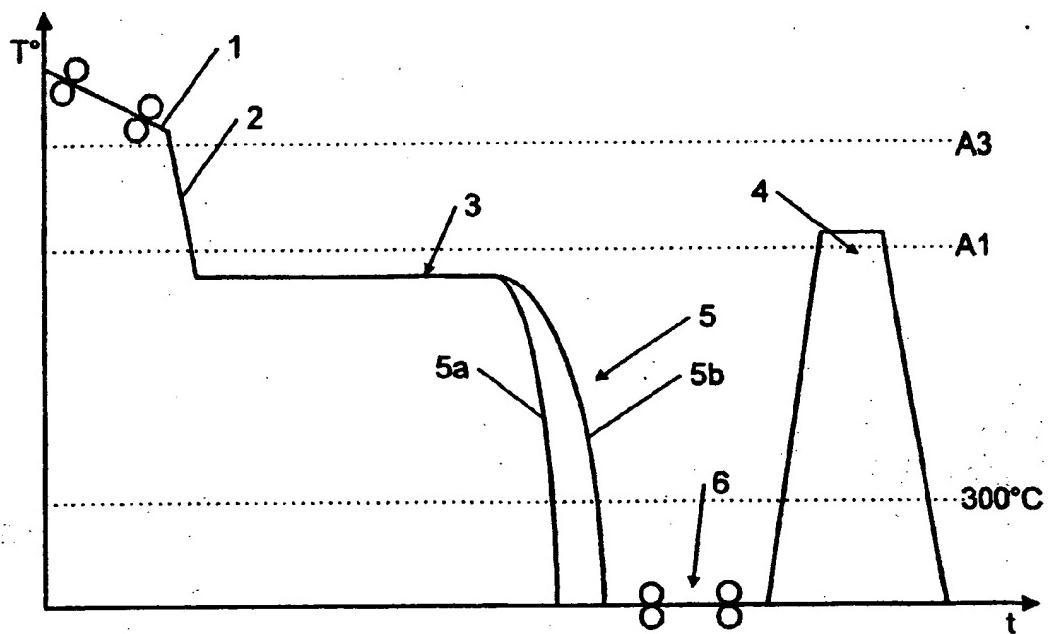
*Fig. 10*



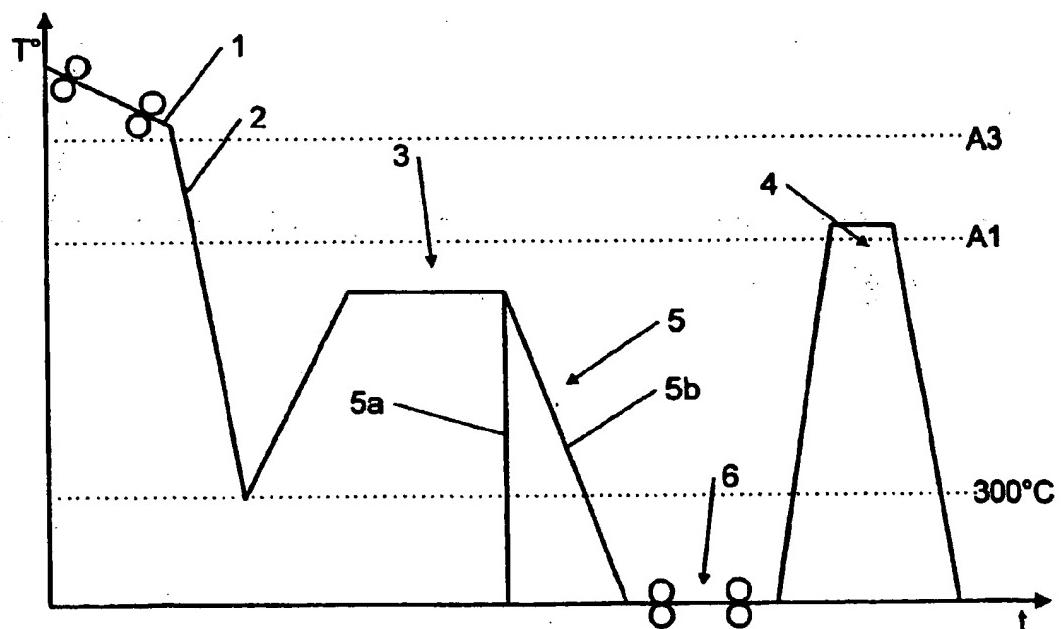
*Fig. 11*



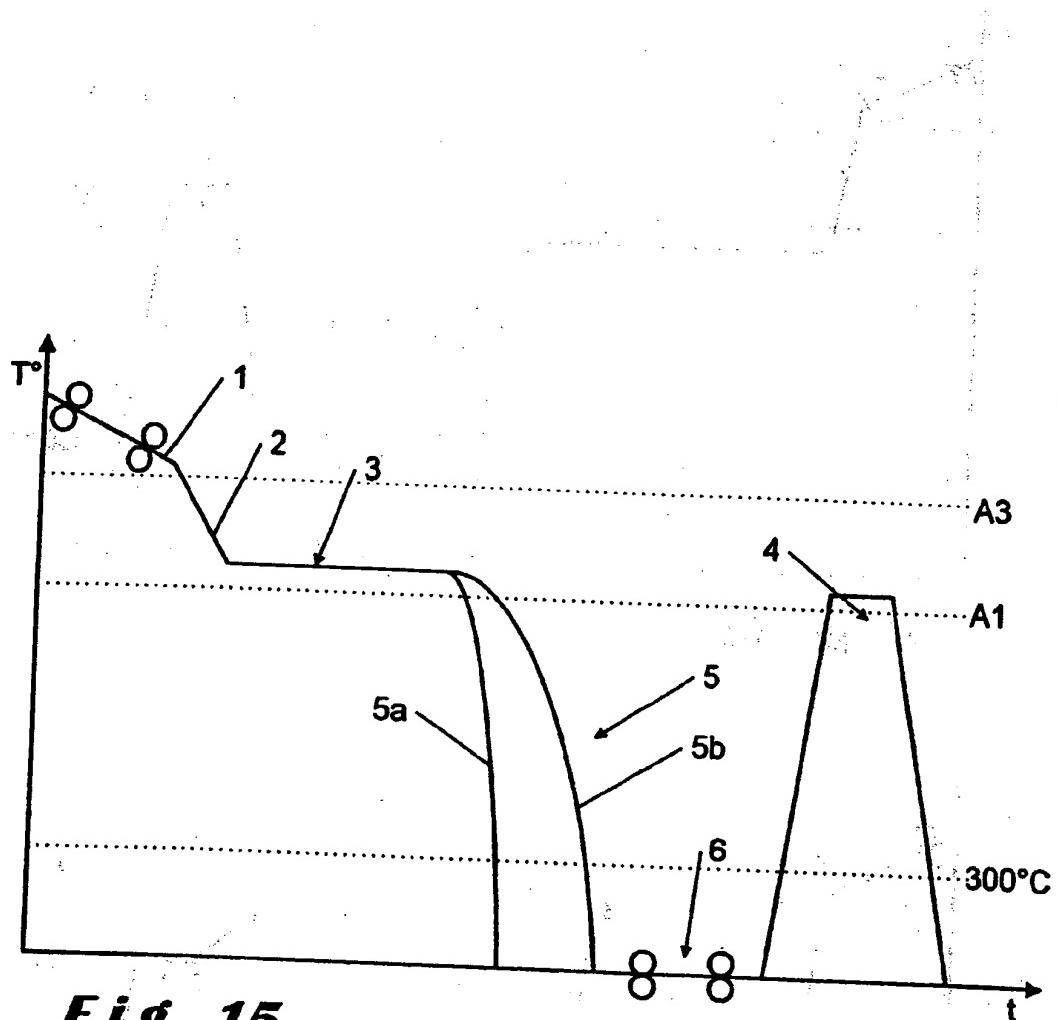
*Fig. 12*



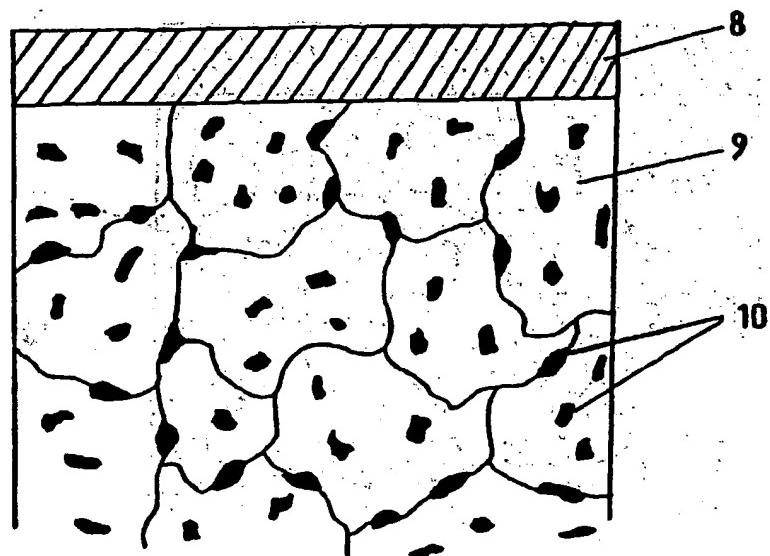
*Fig. 13*



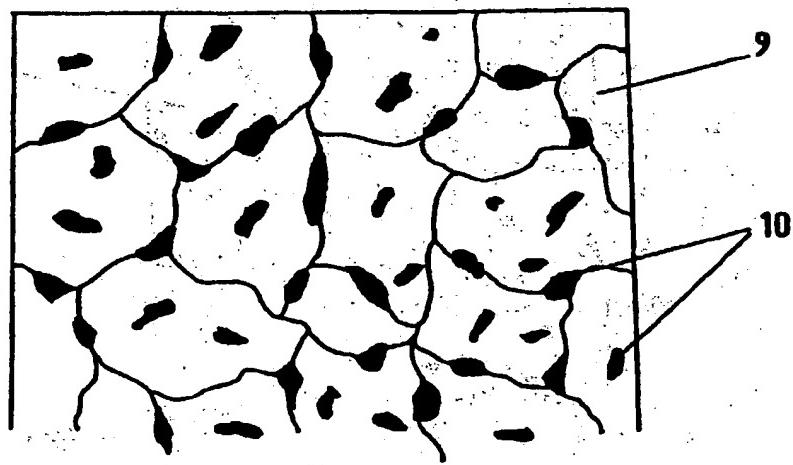
*Fig. 14*



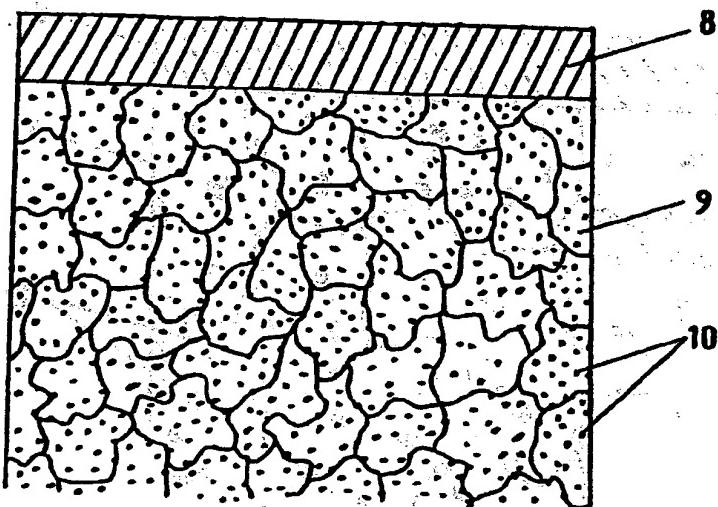
**Fig. 15**



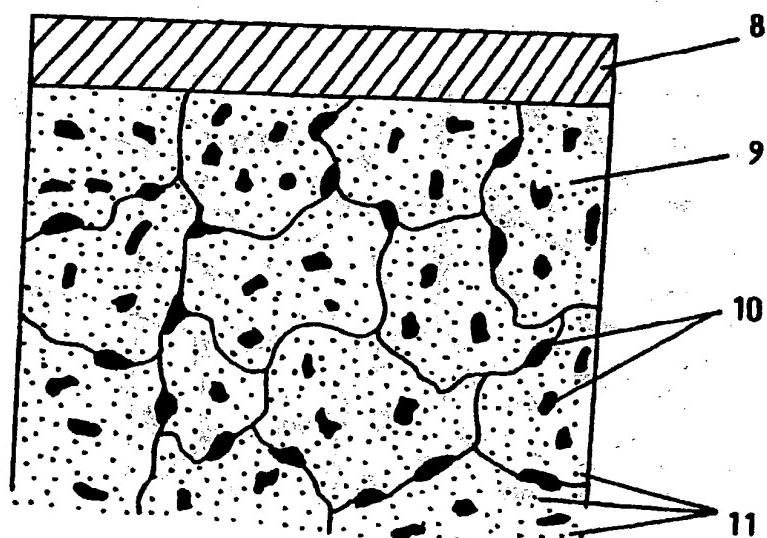
*Fig. 16*



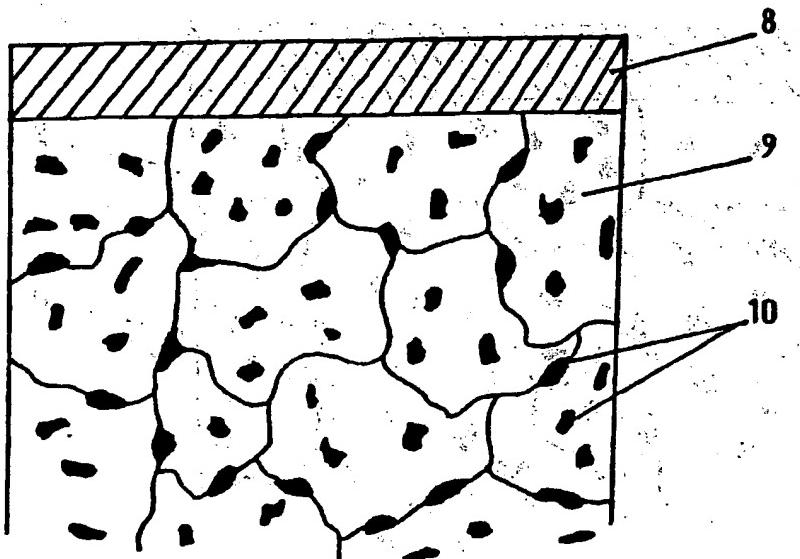
*Fig. 17*



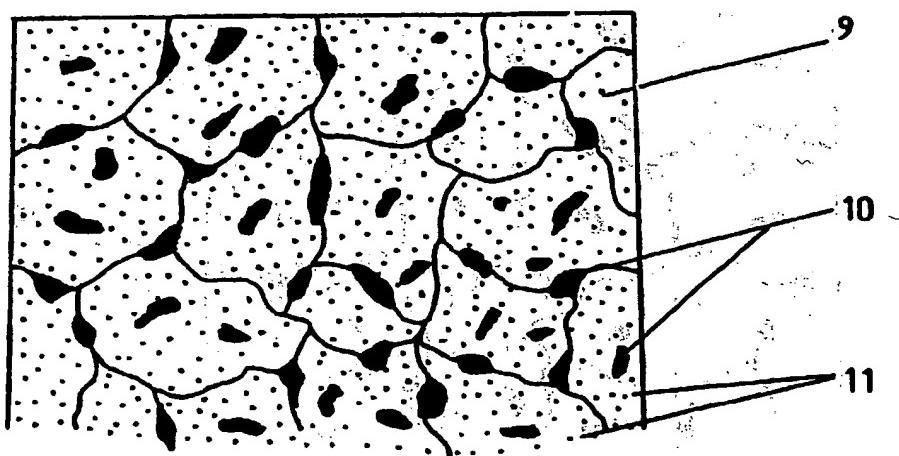
*Fig. 18*



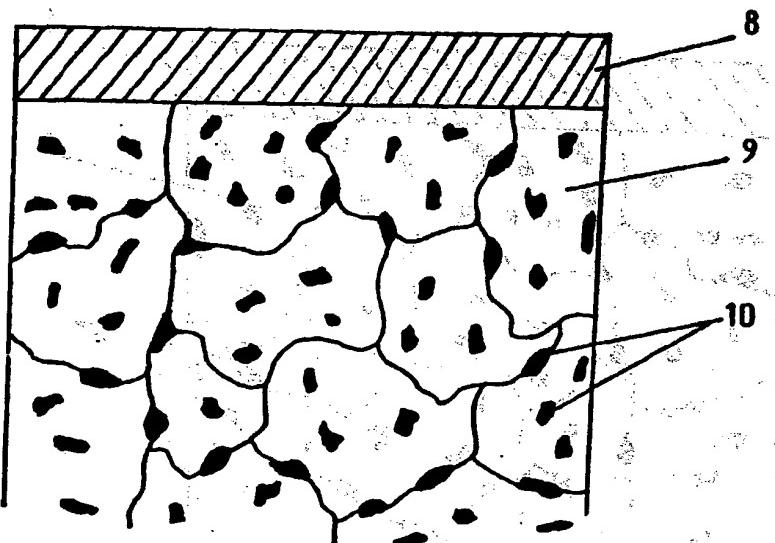
*Fig. 19*



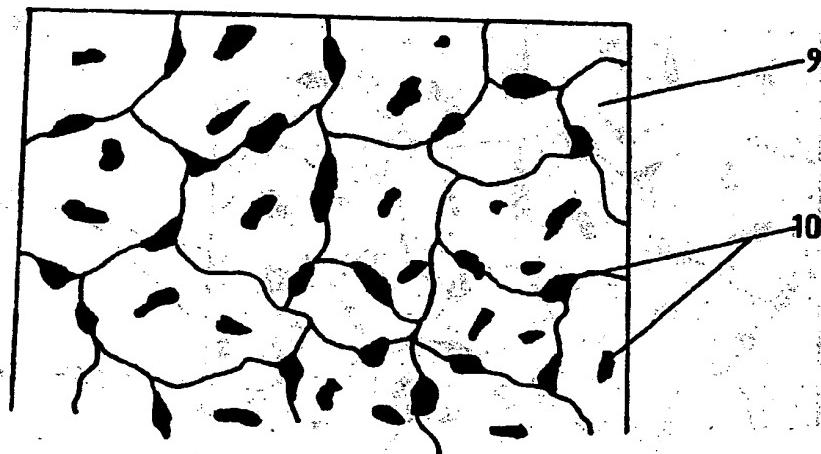
*Fig. 20*



*Fig. 21*



*Fig. 22*



*Fig. 23*



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 98 87 0255

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS   |  |   |  |
|---|--|---|--|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin,<br>des parties pertinentes   | Revendication<br>concernée  | CLASSEMENT DE LA<br>DEMANDE (Int.Cl.6)       |
| X   | US 4 426 235 A (SUDO MASATOSHI ET AL)<br>17 janvier 1984<br>* revendication 11; exemple 2 *  | 1,11  | C21D8/02<br>C21D1/18                         |
| A   | EP 0 320 003 A (NIPPON STEEL CORP)<br>14 juin 1989   |   |  |
| A   | EP 0 040 553 A (BRITISH STEEL CORP)<br>25 novembre 1981  |   |  |
| A   | US 5 328 528 A (CHEN HUANG-CHUAN)<br>12 juillet 1994   |   |  |
| A,D   | US 4 544 422 A (RAO BANGARU V N)<br>1 octobre 1985   |   |  |
| A   | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN<br>vol. 095, no. 004, 31 mai 1995<br>& JP 07 003328 A (SUMITOMO METAL IND<br>LTD), 6 janvier 1995<br>* abrégé *  |   | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int.Cl.6) |
| A,D   | HAIDEMENOPoulos G N: "AUSTENITE<br>STABILIZATION FROM DIRECT CEMENTITE<br>CONVERSION IN LOW-ALLOY STEELS"<br>STEEL RESEARCH,<br>vol. 67, no. 3, mars 1996, pages 93-99,<br>XP002072282 |   | C21D   |
| <p>Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications</p>   |  |   |  |
| Lieu de la recherche  | Date d'achèvement de la recherche  | Examinateur   |  |
| LA HAYE   | 26 avril 1999  | Mollet, G   |  |
| CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS   |  |   |  |
| X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire |  | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>& : membre de la même famille, document correspondant |  |

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 98 87 0255

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **26-04-1999**.  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

26-04-1999

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s)   | Date de<br>publication   |
|---|------------------------|---|--|
| US 4426235 A                                    | 17-01-1984             | JP 1587821 C<br>JP 2005812 B<br>JP 57123956 A<br>JP 1342480 C<br>JP 57123957 A<br>JP 61007453 B | 19-11-1990<br>06-02-1990<br>02-08-1982<br>14-10-1986<br>02-08-1982<br>06-03-1986 |
| EP 0320003 A                                    | 14-06-1989             | JP 1156421 A<br>JP 2017505 C<br>JP 1156422 A<br>JP 2017506 C<br>DE 3874100 A<br>US 4938266 A    | 20-06-1989<br>19-02-1996<br>20-06-1989<br>19-02-1996<br>01-10-1992<br>03-07-1990 |
| EP 0040553 A                                    | 25-11-1981             | GB 2076425 A, B<br>JP 57009831 A  | 02-12-1981<br>19-01-1982   |
| US 5328528 A                                    | 12-07-1994             | AUCUN   |  |
| US 4544422 A                                    | 01-10-1985             | AUCUN   |  |

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**